



①9 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 41 16 800 A 1**

⑤1 Int. Cl.<sup>5</sup>:  
**B 29 C 43/18**  
B 29 C 43/48  
B 29 C 67/14  
// B29K 23:00,77:00,  
69:00,105:06

②1 Aktenzeichen: P 41 16 800.3  
②2 Anmeldetag: 23. 5. 91  
④3 Offenlegungstag: 26. 11. 92

DE 41 16 800 A 1

⑦1 Anmelder:  
Bayer AG, 5090 Leverkusen, DE

⑦2 Erfinder:  
Goldmann, Gerd, Dipl.-Ing. Dr., 4150 Krefeld, DE;  
Becker, Robert, Dipl.-Chem. Dr., 5090 Leverkusen,  
DE

⑤4 Hochtemperatur-Verfahren zur Herstellung von flächigen Verbundwerkstoffen

⑤7 Verfahren zur Herstellung von qualitativ hochwertigen Verbundwerkstoffen mit Thermoplastmatrix, dadurch gekennzeichnet, daß man die Verstärkungsfasern-Gebilde und den Thermoplasten einer Presse zuführt, in dieser Presse die Temperatur der Materialien erhöht und das Verstärkungsfasern-Gebilde bei kurzer Verweilzeit mit genau definierter Maximalverweilzeit der einzelnen Volumenelemente unter Anwendung von Druck und hoher Temperatur imprägniert, wobei man auf einem außergewöhnlich hohen Temperaturniveau arbeitet, das ansonsten erfahrungsgemäß zu Schädigungen des Thermoplasten selbst oder der Schichten an der Oberfläche der Verstärkungsfasern oder durch Abbau des Thermoplasten in der Grenzschicht zur Faser unter dem Einfluß der Schichten führt.

DE 41 16 800 A 1

## Beschreibung

Verfahren zur Herstellung von flächigen Verbundwerkstoffen aus Verstärkungsfasern-Gebilden und Thermoplasten sind bekannt. Als diskontinuierliches Verfahren ist vor allem das "Film-Stacking" beschrieben, bei dem Lagen von Verstärkungsfasern-Gebilden mit Thermoplastfolien in einer statischen Presse verpreßt werden. Ein kontinuierliches Verfahren wird auf Doppelbandpressen durchgeführt. Prinzipiell kann der Thermoplast bei beiden Verfahren auch auf andere Weise als in Form von Folien aufgegeben werden, beispielsweise als Schmelze, Fasern oder Pulver.

Wie beispielsweise in der DE-OS 37 34 296 erwähnt, werden kontinuierliche Verfahren auf Doppelbandpressen bei Temperaturen betrieben, die üblicherweise 20–50°C über dem Schmelzpunkt des Thermoplasten liegen.

Nachteilig bei diesen Verfahren sind relativ lange Imprägnierzeiten, die zur Erzielung eines qualitativ hochwertigen Produktes nötig sind. Daraus folgen vergleichsweise niedrige Herstellgeschwindigkeiten. Dies gilt insbesondere bei Verwendung von hochwertigen, schlagzäh, hochmolekularen Thermoplasten, die in der Regel hohe Schmelzviskositäten aufweisen. Aufgrund ihrer in der Regel hohen Viskositäten ist auch die Verarbeitung amorpher Thermoplaste schwierig.

Überraschend wurde ein neues Verfahren zur Herstellung qualitativ hochwertiger flächiger Verbundwerkstoffe mit Thermoplastmatrix gefunden, indem man die Verstärkungsfasern-Gebilde und den Thermoplasten einer Presse zuführt, in dieser Presse die Temperatur der Materialien erhöht und das Verstärkungsfasern-Gebilde bei kurzer Verweilzeit mit genau definierter Maximalverweilzeit der einzelnen Volumenelemente unter Anwendung von Druck und hoher Temperatur imprägniert, wobei man auf einem außergewöhnlich hohen Temperaturniveau arbeitet, das ansonsten erfahrungsgemäß zu Schädigungen des Thermoplasten selbst oder der Schichten an der Oberfläche der Verstärkungsfasern oder durch Abbau des Thermoplasten in der Grenzschicht zur Faser unter dem Einfluß der Schichten führt.

Unter einer Presse soll dabei eine Vorrichtung verstanden werden, die in der Lage ist, gleichzeitig Druck und erhöhte Temperatur auf die flächigen Gebilde auszuüben. Insbesondere sind darunter getaktete hydraulische Pressen mit beheizbaren Platten in einer oder mehreren Etagen zu verstehen. Diese Pressen können entweder rein diskontinuierlich oder aber in bezug auf das Produkt kontinuierlich betrieben werden, indem man das flächige Gebilde durch die sich taktweise öffnende und schließende Presse zieht oder schiebt. Auch kontinuierliche Pressen, beispielsweise Doppelbandpressen, sind eingeschlossen.

Erfindungsgemäß soll die Temperatur der Materialien in der Presse erhöht werden. Das außergewöhnlich hohe Temperaturniveau liegt nur kurzzeitig während des Imprägniervorganges selbst an. Bevorzugt werden die thermoplastischen Materialien in fester Form, beispielsweise als Folien, Fasern, Pulver, zugeführt. Eine Vorheizung der Materialien bis über den Schmelzpunkt des Thermoplasten ist möglich. Ebenso ist eine Zuführung des Thermoplasten in geschmolzener Form, beispielsweise aus der Breitschlitzdüse eines Extruders denkbar, allerdings auf einem niedrigeren Temperaturniveau als bei der Imprägnierung.

Erfindungsgemäß ist die Verweilzeit auf dem hohen

Temperaturniveau kurz. Durch Anwendung der hohen Temperatur reduziert sie sich deutlich. Ein absoluter Wert ist jedoch nur beispielhaft anzugeben, da das Niveau beispielsweise entscheidend von der Viskosität des Thermoplasten, von Fadenstärke und textiler Bindung des eingesetzten Verstärkungsfasern-Gebildes und vom Filamentdurchmesser der Verstärkungsfasern abhängt.

Das Verfahren hat eine sehr enge Verweilzeitverteilung bei definierter Maximalverweilzeit, d. h. es gibt keine langen Verweilzeitschwänze, die zu Produktschädigungen führen würden.

Als flächige Verstärkungsfasern-Gebilde kommen vorzugsweise Gewebe, Gestricke, Gewirke aller Art, Geflechte, Vliese, Matten sowie Kombinationen davon sowie alle Arten von unidirektionalen Gebilden oder Kombinationen von unidirektionalen Gebilden mit den erwähnten Textilien in Frage.

Als Verstärkungsfasern sollen zunächst Glasfasern betrachtet werden. Es ist bekannt, daß diese in Multifilament-Form vorliegenden Fasern zur Verbesserung verschiedener Eigenschaften im Verbund mit den Kunststoffen mit Schichten versehen werden, die in der Regel aus einer Vielzahl von Komponenten bestehen. Dazu gehören u. a. Filmbildner, Haftvermittler, Gleitmittel, Antistatika, Weichmacher, Emulgatoren.

Im Zusammenhang mit der Erfindung sind insbesondere Filmbildner und Haftvermittler von Interesse. Die Filmbildner haben die Funktion, die Faser vor mechanischen Beschädigungen zu schützen, einen geschlossenen Strang zu bilden und möglichst an der Ausbildung der Verbundeigenschaften teilzunehmen. Sie bestehen im allgemeinen aus wasserdispergierbaren oder wasserlöslichen Polymeren, beispielsweise aus Polyvinylacetaten, Polyesterharzen, Epoxidharzen, Polyurethanen, Acrylaten.

Die Haftvermittler haben die Funktion, die mechanischen Eigenschaften im Verbund zwischen Matrix und Faser zu verbessern. Hierzu werden in der Regel organofunktionelle Silane eingesetzt, beispielsweise Amino-, Epoxi-, Vinyl-, Methacryl-, Mercapto- oder Halogensilane. Ferner werden Chrom- und Titankomplexverbindungen verwendet.

Bei Glasfasern wird diese komplette Schlichte mit Filmbildner und Haftvermittler direkt beim Spinnprozeß auf die Faser aufgetragen. In manchen Fällen, beispielsweise bei einer Weiterverarbeitung der Fasern zu Glas-Geweben oder anderen Textilien, kann die Glasfaser jedoch beim Spinnprozeß zunächst mit einer Schlichte ausgerüstet werden, die nicht auf die Anbindung an Kunststoffe, sondern auf eine optimale Verarbeitbarkeit im textilen Prozeß hin optimiert ist. Solche Schichten werden dann nach Abschluß der textilen Verarbeitung entfernt, in der Regel durch Abbrennen. Anschließend wird auf das textile Gebilde in der Regel aus wäßriger Lösung nur noch der Haftvermittler als sogenanntes Finish aufgebracht.

Bei thermoplastischen Matrices werden bevorzugt Filmbildner eingesetzt, die zumindest teilweise aus Polyurethanen bestehen. Es ist bekannt, daß Polyurethansysteme nur eine sehr beschränkte Thermostabilität haben, d. h. daß ihre Zersetzung in der Regel schon bei Temperaturen unter 180°C beginnt. Solche Systeme sind somit für einen Einsatz bei Temperaturen über 280°C prinzipiell ungeeignet.

Bei Thermoplasten sind insbesondere Haftvermittler aus der Gruppe der Triethoxisilane und Trimethoxisilane mit Vinyl-, Methacryloxypropyl-, Aminopropyl- und Epoxidgruppen wegen ihrer guten Haftungseigenschaf-

ten bevorzugt. Besonders bevorzugt sind  $\gamma$ -Aminopropyltriethoxysilan,  $\gamma$ -Glycidoxipropyltrimethoxysilane oder -ethoxysilane,  $\beta$ -(3,4-Epoxi-cyclo-hexyl)ethyltrimethoxysilan,  $\gamma$ -Methacryloxipropyltrimethoxysilan und Vinyltriethoxysilan.

Diese bevorzugten Silane zeigen in der DSC unter Luftabschluß deutliche Zersetzungerscheinungen bei 280–300°C, Unter Luftzutritt sogar schon bei 150°C. Bei Epoxysilanen liegen die Zersetzungstemperaturen in der Regel niedriger als bei vergleichbaren Aminosilanen. In der Kombination mit Filmbildnern sind die thermischen Beständigkeiten schlechter.

Es wäre demnach für den Fachmann äußerst erstaunlich, wenn die erwähnten bevorzugten Silane bei Temperaturen über 300°C bei einem Prozeß, der streng unter Luftabschluß arbeitet, noch eine zumindest zufriedenstellende Haftung zu Thermoplasten ergeben würden. Dies gilt für Fälle, wo der reine Haftvermittler in Form eines Finishes auf der Faser vorliegt, in noch gravierenderem Maße jedoch bei Ausrüstung mit der kompletten Schlichte, in der zusätzlich der noch viel weniger thermostabile Filmbildner enthalten ist.

Überraschend wurde dennoch gefunden, daß man bei Einsatz von Glasfasern mit Finishes, die zumindest teilweise aus den angegebenen bevorzugten Silanen, insbesondere aus den bevorzugten Triethoxysilanen und Trimethoxysilanen mit Vinyl-, Methacryloxipropyl-, Aminopropyl- und Epoxidgruppen bestehen, mit dem angegebenen neuen Verfahren Verbundwerkstoffe mit Thermoplastmatrix mit einem ausgezeichneten Eigenschaftsniveau erhält, wenn man bei Temperaturen von mehr als 300°C, bevorzugt mehr als 320°C, besonders bevorzugt mehr als 340°C arbeitet.

Außerdem wurde gefunden, daß man bei Einsatz von Glasfasern mit kompletten Schlichten, die die angegebenen bevorzugten Silane, insbesondere die bevorzugten Triethoxysilane und Trimethoxysilane mit Vinyl-, Methacryloxipropyl-, Aminopropyl- und Epoxidgruppen als Haftvermittler enthalten, mit dem angegebenen neuen Verfahren Verbundwerkstoffe mit Thermoplastmatrix mit einem ausgezeichneten Eigenschaftsniveau erhält, wenn man bei Temperaturen von mehr als 280°C, bevorzugt mehr als 310°C, besonders bevorzugt mehr als 330°C arbeitet.

Insbesondere wurde gefunden, daß man bei Einsatz von Glasfasern mit kompletten Schlichten, die die angegebenen bevorzugten Silane, insbesondere die bevorzugten Triethoxysilane und Trimethoxysilane mit Vinyl-, Methacryloxipropyl-, Aminopropyl- und Epoxidgruppen als Haftvermittler enthalten und gleichzeitig Filmbildner, die zumindest teilweise aus Polyurethanen bestehen, enthalten, mit dem angegebenen neuen Verfahren Verbundwerkstoffe mit Thermoplastmatrix mit einem ausgezeichneten Eigenschaftsniveau erhält, wenn man bei Temperaturen von mehr als 280°C, bevorzugt mehr als 300°C, besonders bevorzugt mehr als 320°C arbeitet.

Diese Befunde sind umso erstaunlicher, als bei dem angegebenen neuen Verfahren zumindest der partielle Zutritt von Luft nicht ausgeschlossen ist. Die günstigsten Verhältnisse liegen vor, wenn der Thermoplast in Folienform eingebracht wird und wenn die schmelzende Folie die Glasoberflächen gegen Luftzutritt oberflächlich abdichtet. Dennoch wird auch dann die Luft im Inneren der Textilstruktur, beispielsweise in dem von Kett- und Schußfäden gebildeten Viereck eines Gewebes, und zwischen den Filamenten der Verstärkungsfasern zumindestens einen teilweisen Abbau schon bei

niedrigen Temperaturen herbeiführen. Noch größer sind Einwirkzeit und Luftvorrat beim Einsatz des Polymeren in Form von Fasern, beispielsweise als Mischtextilien, oder in Form von Pulver.

Dabei muß berücksichtigt werden, daß insbesondere beim Auftragen des Haftvermittlers in Form eines Finishes nur dünne Oberflächenfilme gebildet werden. Der Gesamtanteil des Haftvermittlers liegt in der Regel in der Größenordnung von 0,1%.

Weiterhin wurde gefunden, daß das neue Verfahren überraschenderweise auch in Bezug auf die eingesetzten Thermoplaste bei ungewöhnlich hohen Verarbeitungstemperaturen durchgeführt werden kann, die ansonsten normalerweise zu Schädigungen des Thermoplasten führen, insbesondere auch unter dem Einfluß der Schichten in der Grenzschicht zwischen Matrix und Faser. Auch dabei werden Verbundwerkstoffe von guter Qualität erhalten.

Unter Verstärkungsfasern sollen im folgenden beispielsweise anorganische Fasern aus silikatischen und nichtsilikatischen Gläsern verschiedenster Art, Kohlenstoff, Bor, Siliciumcarbit, Metallen, Metall-Legierungen, Metalloxiden, Metallnitriden, Metallcarbiden und Silikaten verstanden werden.

Unter Thermoplasten sollen die bekannten thermoplastischen Kunststoffe verstanden werden, beispielsweise auch solche, die als Copolymere, Blockpolymere, Pfpfopolymere, Mischpolymere und polymeren Gemische vorliegen. Bevorzugt sind Polyamide, besonders bevorzugt Polyamid 6, Polyamid 66 und Polyamid 12, Polycarbonat und Polyphenylsulfid.

Insbesondere läßt sich Polyamid 6 bei Temperaturen von mehr als 300°C, bevorzugt von mehr als 320°C, besonders bevorzugt von mehr als 340°C mit den angegebenen Fasersystemen zu Verbundwerkstoffen von hoher Qualität verarbeiten.

Insbesondere läßt sich Polyamid 66 bei Temperaturen von mehr als 320°C, bevorzugt von mehr als 330°C, besonders bevorzugt von mehr als 340°C mit den angegebenen Fasersystemen zu Verbundwerkstoffen von hoher Qualität verarbeiten.

Insbesondere läßt sich Polycarbonat bei Temperaturen von mehr als 320°C, bevorzugt von mehr als 330°C, besonders bevorzugt von mehr als 340°C mit den angegebenen Fasersystemen zu Verbundwerkstoffen von hoher Qualität verarbeiten.

Insbesondere läßt sich Polyphenylsulfid bei Temperaturen von mehr als 365°C, bevorzugt von mehr als 380°C, besonders bevorzugt von mehr als 390°C mit den angegebenen Fasersystemen zu Verbundwerkstoffen von hoher Qualität verarbeiten.

Ein Vergleich mit üblichen Verarbeitungstemperaturen, beispielsweise in Spritzguß und Extrusion, läßt erkennen, daß diese gefundenen Verarbeitungstemperaturen außergewöhnlich hoch sind. So gibt beispielsweise B. Carlowitz in Kunststofftabellen (Carl Hanser-Verlag, München, Wien, 1986) für Polyamid 6 Verarbeitungstemperaturen von 230–280°C im Spritzguß und 240–300°C in der Extrusion, für Polycarbonat von 270–310°C im Spritzguß und 240–280°C in der Extrusion, für Polyphenylsulfid von 315–360°C im Spritzguß an.

So können die Angaben dieses Buches auch bei anderen Thermoplasten zur Einschätzung der erfindungsgemäß möglichen hohen Verarbeitungstemperaturen herangezogen werden. In der Regel liegen die möglichen Verarbeitungstemperaturen um mindestens 10°C, bevorzugt 30°C, besonders bevorzugt 40°C über der

höchsten für Spritzguß oder Extrusion angegebenen Verarbeitungstemperatur.

Dies ist umso erstaunlicher, als das Verfahren, wie im einzelnen geschildert, nicht unter strengem Luftabschluß erfolgt. Bekanntlich sind viele Thermoplaste gegen Luft einwirkung bei hohen Temperaturen empfindlich. Beispielsweise läßt Polyamid 6 an Luft deutliche Oxidationserscheinungen erkennen, die auch mit einer Reduzierung von mechanischen Kenndaten verbunden ist.

Ebenso erstaunlich ist, daß diese hohen Verarbeitungstemperaturen auch in Gegenwart von bestimmten Schichten auf den Faseroberflächen möglich sind. So läßt sich beispielsweise das stark spannungsrißempfindliche Polycarbonat in Gegenwart von Aminopropyltriethoxisilan bei Temperaturen bis zu 360°C zu Verbundwerkstoffen mit guter mechanischen Eigenschaften verarbeiten.

Ein Vorteil dieser hohen Verarbeitungstemperaturen ist eine deutliche Verkürzung der notwendigen Imprägnierzeiten, die zur Erzielung eines qualitativ hochwertigen Produktes nötig sind. Somit ergibt sich eine deutliche Erhöhung der Produktionsgeschwindigkeiten auf einer vorhandenen Anlage. Dies gilt insbesondere bei Verwendung von hochwertigen, schlagzäh, hochmolekularen Thermoplasten, die in der Regel hohe Schmelzviskositäten aufweisen. Aufgrund ihrer in der Regel hohen Viskositäten ist auch die Verarbeitung amorpher Thermoplaste, beispielsweise von Polycarbonat oder Polyetherimid schwierig.

Der in der Erfindung erwähnte Begriff der guten Qualität der Verbundwerkstoffe kann nur anhand von Modell-Textilien definiert werden, weil sich die einzelnen Verstärkungsfasern-Textilien je nach Textilbindung bei mechanischer Beanspruchung sehr unterschiedlich verhalten.

Da es sich hier um eine Bewertung der Prozeßbedingungen handelt, soll beispielhaft nur eine Sorte Glasgewebe festgelegt werden. Das Qualitätsniveau soll dann mit dem Niveau bei der bekannten Imprägnierung mit ungesättigten Polyester (UP)-Harzen verglichen werden.

Dieses Standard-Gewebe soll Leinwand-Bindung und ein Flächengewicht von 345 g/m<sup>2</sup> mit 6 Fäden/cm EC 9—68 · 5 t0 in Kettrichtung und 5,3 Fäden/cm EC 9—272 Z in Schußrichtung (Fa. Interglas, Ulm, Qualität 92 150) haben.

Bei diesem Gewebe bedeutet der Begriff "gute Qualität", daß die Zugfestigkeitswerte in Kettrichtung entsprechend den Angaben der Fa. Interglas für die UP-Harz-Matrix zu 90%, bevorzugt zu 100%, die Biegefestigkeiten zu 95%, bevorzugt zu 105% erreicht werden. Die von Interglas angegebene Zugfestigkeit beträgt 340 MPa, die Biegefestigkeiten 430 MPa, jeweils bei 43 Vol% Glas (Liste Nr. 79, Januar 1985).

## Beispiele

### Beispiel 1

Verwendet wird das oben erwähnte Standard-Glasgewebe mit Leinwandbindung und mit einem Flächengewicht von 345 g/m<sup>2</sup> mit 6 Fäden/cm EC 9—68 · 5 t0 in Kettrichtung und 5,3 Fäden/cm EC 9—272 Z in Schußrichtung (Fa. Interglas, Ulm, Qualität 92 150).

Das Gewebe ist mit einem Finish, bestehend aus  $\gamma$ -Aminopropyltriethoxisilan (A 1100 von der Firma Union Carbide) ausgerüstet.

5 Lagen dieses Gewebes werden auf einer Doppelbandpresse mit 4 Lagen Folien von je ca. 0,2 mm Dicke, bestehend aus Polyamid 6 (Durethan B 31 F von Bayer), zu einer Verbundwerkstoff-Platte verpreßt. Es entsteht eine Platte von 1,45 mm Dicke mit einem Faser-Gehalt von ca. 46 Vol.-%.

In der Hochtemperaturzone der Presse herrschen eine Band-Temperatur von 360°C und ein Druck von 30 bar. Beim Eintritt in die Hochtemperaturzone ist der Stapel vorgewärmt, ein Thermolement im Kern zeigt 110°C an. Die Brutto-Verweilzeit (einschließlich Aufheizung) im Bereich der hohen Band-Temperatur beträgt 2,1 min. Das Thermolement im Kern der Platte zeigt an, daß die Temperatur von 360°C auch im Inneren der Platte erreicht wird.

Die erzeugte Platte hat in Kettrichtung eine Zugfestigkeit von 415 MPa und eine Biegefestigkeit von 635 MPa. Rechnet man die Vergleichsprobe der Fa. Interglas mit UP-Harz-Matrix auf einen Glas-Gehalt von 46 Vol.-% um, so ergeben sich Werte von 360 bzw. 480 MPa für Zug- bzw. Biegefestigkeit. Die Farbe der Platte ist hell, trotz der hohen Temperatur und des beschränkten Luftzutritts ist keine bei Polyamid zu befürchtende Braunverfärbung eingetreten. Die erzeugte Verbundwerkstoff-Platte hat somit trotz der sehr hohen Verarbeitungstemperatur eine sehr gute Qualität.

### Beispiel 2

Der Versuch wird mit identischen Ausgangsmaterialien und identischer Pressenkonfiguration wiederholt. Geändert werden Temperatur und Druck in der Hochtemperaturzone.

Bei 330°C und 20 bar ergeben sich bei einer Verweilzeit von 4,2 min Festigkeiten von 434 MPa bzw. 609 für Zug und Biegung.

Bei 350°C und 40 bar ergeben sich bei einer Verweilzeit von 2,1 min Festigkeiten von 454 MPa bzw. 644 für Zug und Biegung.

Bei 370°C und 40 bar ergeben sich bei einer Verweilzeit von 2,1 min Festigkeiten von 449 MPa bzw. 608 für Zug und Biegung.

Bei 370°C und 40 bar ergeben sich bei einer Verweilzeit von 0,9 min Festigkeiten von 453 MPa bzw. 631 für Zug und Biegung.

Die Abweichungen der Qualitätsdaten für die einzelnen eingestellten Bedingungen liegen im Rahmen der statistischen Streuungen. Bei 370°C kann man demnach bei einem Siebtel der Brutto-Verweilzeit in der Heizzone die gleiche Qualität erreichen wie bei 330°C.

### Beispiel 3

5 Lagen desselben Gewebes mit derselben Ausrüstung wie in Beispiel 1 werden auf einer Doppelbandpresse mit 4 Lagen Folien von je ca. 0,2 mm Dicke, bestehend aus Polyphenylensulfid (Tedur KU 1-9500-80 von Bayer), zu einer Verbundwerkstoff-Platte verpreßt. Es entsteht eine Platte von 1,45 mm Dicke mit einem Faser-Gehalt von ca. 46 Vol.-%.

Das Verpressen wird bei einer Band-Temperatur von 390°C, einem Druck von 30 bar und einer Verweilzeit von 0,9 min durchgeführt.

Die Platte hat eine Zugfestigkeit von 410 MPa und eine Biegefestigkeit von 570 MPa. Rechnet man die Vergleichsprobe der Fa. Interglas mit UP-Harz-Matrix auf einen Glas-Gehalt von 46 Vol.-% um, so ergeben sich Werte von 360 bzw. 480 MPa für Zug- bzw. Biege-

festigkeit. Die erzeugte Verbundwerkstoff-Platte hat somit trotz der sehr hohen Verarbeitungstemperatur eine sehr gute Qualität.

#### Beispiel 4

Dasselbe Experiment wie in Beispiel 1 bis 3 wird mit Polycarbonat-Folie (Makrofol DE 1-4 von Bayer) durchgeführt. Das verwendete Polycarbonat hat bei 300°C bei einer Schergeschwindigkeit von 20/s eine Viskosität von 1500 Pa·s, ist demnach als eine sehr hochviskose Schmelze zu bezeichnen.

Bei einer Bandtemperatur von 360°C, einem Druck von 40 bar und einer Verweilzeit von 2,1 min gelingt eine Verarbeitung zu einem hochwertigen Verbundwerkstoff. Die Zugfestigkeit liegt bei 405 MPa, die Biegefestigkeit bei 610 MPa.

#### Beispiel 5

Es wird ein Kohlenstoffaser-Gewebe in Atlas-Bindung mit einem Flächengewicht von 365 g/m<sup>2</sup> mit je 4,5 Fäden/cm zu je 400 tex in Kett- und Schußrichtung eingesetzt. Als Faser wird Torayca T 300 verwendet.

2 Lagen dieses Gewebes werden auf einer Doppelbandpresse mit 2 Lagen Folien von je 0,2 mm Dicke und einer Lage Folie von 0,125 mm Dicke, bestehend aus Polycarbonat (Makrofol DE 1-4), zu einer Verbundwerkstoff-Platte verpreßt. Es entsteht eine Platte von 0,9 mm Dicke mit einem Faser-Gehalt von ca. 45 Vol.-%.

Das Verpressen wird bei einer Band-Temperatur von 360°C, einem Druck von 40 bar und einer Verweilzeit von 2,1 min durchgeführt. Man erhält einen hochwertigen Verbundwerkstoff mit einer Zugfestigkeit von 535 MPa und einer Biegefestigkeit von 440 MPa, jeweils in Kettrichtung.

#### Beispiel 6

Es wird ein Rechts/Rechts-Mischgestrick aus Glas- und Polyamidfasern hergestellt und auf einer Doppelbandpresse zu einem kompakten Verbundwerkstoff verpreßt. Die verwendete Glasfaser ist ein 320 tex Roving R 25 BX 3G von Owens-Corning-Fiberglas, der mit einer Vollschlichte mit Silan-Haftvermittler ausgerüstet ist. Das Polyamid 6-Garn der Type Enkalon 540 T von Akzo hat 272 tex.

Das Verpressen wird bei einer Band-Temperatur von 350°C, einem Druck von 20 bar und einer Verweilzeit von 2,1 min durchgeführt. Man erhält einen hochwertigen Verbundwerkstoff, der nach einem Expansionsvorgang zu einem steifen Körper von 5 mm Dicke führt, der ausgezeichnet imprägniert ist und gute Kenndaten für die Steifigkeit aufweist. Die Farbe ist hell ohne erkennbare Bräunung.

#### Beispiel 7

Es wird ein Glasfaser-Textil von einer Multiaxial-Kettwirkmaschine mit Faserrichtung  $\pm 45^\circ$  auf der Basis des Fadens EC 9-68 tex mit gleicher Fasermenge in beiden Richtungen und einem Flächengewicht von 395 g/m<sup>2</sup> verwendet. Die Fasern sind mit der Vollschlichte Silenka 1383 ausgerüstet, die einen silanhaltigen Haftvermittler enthält.

Dieses biaxiale Textil wird zusammen mit einer Lage Gestrick aus Beispiel 5 und zwei Folienlagen aus Polya-

mid B 31 F von 0,1 und 0,2 mm Dicke auf einer Doppelbandpresse zu einem kompakten Verbundwerkstoff verpreßt.

Das Verpressen wird bei einer Band-Temperatur von 350°C, einem Druck von 22 bar und einer Verweilzeit von 2,1 min durchgeführt. Man erhält einen hochwertigen Verbundwerkstoff, der nach einem Expansionsvorgang der Gestricklage zu einem steifen Körper von 6 mm Dicke führt, der ausgezeichnet imprägniert ist und gute Kenndaten für die Steifigkeit aufweist. Insbesondere ist auch das Multiaxial-Textil gut imprägniert und praktisch unverfärbt.

#### Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von qualitativ hochwertigen Verbundwerkstoffen mit Thermoplastmatrix, dadurch gekennzeichnet, daß man die Verstärkungsfaser-Gebilde und den Thermoplasten einer Presse zuführt, in dieser Presse die Temperatur der Materialien erhöht und das Verstärkungsfaser-Gebilde bei kurzer Verweilzeit mit genau definierter Maximalverweilzeit der einzelnen Volumenelemente unter Anwendung von Druck und hoher Temperatur imprägniert, wobei man auf einem außergewöhnlich hohen Temperaturniveau arbeitet, das ansonsten erfahrungsgemäß zu Schädigungen des Thermoplasten selbst oder der Schichten an der Oberfläche der Verstärkungsfasern oder durch Abbau des Thermoplasten in der Grenzschicht zur Faser unter dem Einfluß der Schichten führt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man Glasfaser-Gebilde einsetzt, die mit Finishes ausgerüstet sind, die zumindest teilweise aus den angegebenen bevorzugten Silanen, insbesondere aus den bevorzugten Triethoxisilan und Trimethoxisilanen mit Vinyl-, Methacryloxypropyl-, Aminopropyl- und Epoxidgruppen bestehen, und daß man bei Temperaturen von mehr als 300°C arbeitet.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man Glasfaser-Gebilde einsetzt, die mit kompletten Schichten ausgerüstet sind, die zumindest teilweise die angegebenen bevorzugten Silane, insbesondere die bevorzugten Triethoxisilane und Trimethoxisilane mit Vinyl-, Methacryloxypropyl-, Aminopropyl- und Epoxidgruppen als Haftvermittler enthalten, und daß man bei Temperaturen von mehr als 280°C arbeitet.
4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man Glasfaser-Gebilde einsetzt, die mit kompletten Schichten ausgerüstet sind, die zumindest teilweise die angegebenen bevorzugten Silane, insbesondere die bevorzugten Triethoxisilane und Trimethoxisilane mit Vinyl-, Methacryloxypropyl-, Aminopropyl- und Epoxidgruppen als Haftvermittler enthalten und gleichzeitig einen Filmbildner, der zumindest teilweise aus Polyurethan besteht, und daß man bei Temperaturen von mehr als 280°C arbeitet.
5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die eingesetzten Thermoplaste bei ungewöhnlich hohen Temperaturen zu Verbundwerkstoffen verarbeitet werden, die um mindestens 10°C über den von Carlowitz für Spritzguß oder Extrusion angegebenen höchsten Verarbeitungstemperaturen liegen.
6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet,

zeichnet, daß der verwendete Thermoplast Polyamid 6 ist und bei Temperaturen von mehr als 300°C mit den angegebenen Fasersystemen zu Verbundwerkstoffen verarbeitet wird.

7. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der verwendete Thermoplast Polyamid 66 ist und bei Temperaturen von mehr als 320°C mit den angegebenen Fasersystemen zu Verbundwerkstoffen verarbeitet wird.

8. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der verwendete Thermoplast Polycarbonat ist und bei Temperaturen von mehr als 320°C mit den angegebenen Fasersystemen zu Verbundwerkstoffen verarbeitet wird.

9. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der verwendete Thermoplast Polyphenylensulfid ist und bei Temperaturen von mehr als 365°C mit den angegebenen Fasersystemen zu Verbundwerkstoffen verarbeitet wird.

10. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die angegebene Presse eine statische Taktpresse oder eine Doppelbandpresse ist.

25

30

35

40

45

50

55

60

65